



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **04335031 A**(43) Date of publication of application: **24.11.92**

(51) Int. Cl. <b>C08G 77/06</b> <b>C08G 77/32</b>	
(21) Application number: <b>03342620</b> (22) Date of filing: <b>25.12.91</b> (30) Priority: <b>28.12.90 DE 90 4042141</b>	(71) Applicant: <b>WACKER CHEMIE GMBH</b> (72) Inventor: <b>MAUTNER KONRAD DR</b> <b>DEUBZER BERNWARD DIPL</b> <b>CHEM DR</b> <b>OSWALDBAUER HELMUT</b> <b>SINNER HILMAR</b>

(54) **PREPARATION OF ORGANOPOLYSILOXANE  
HYDROSOL**

## (57) Abstract:

PURPOSE: To prepare extremely simply organopolysiloxanes by mixing an organosilicon compd. with water.

CONSTITUTION: A silane of formula  $R_4Si(OR^1)_{4-a}$  (I) [wherein a is 0, 1, 2 or 3 and R can be the same or

different and is hydrogen atom or a monovalent org. radical and  $R^1$  can be the same or different and is a monovalent org. radical] and/or a partial hydrolysis product thereof and optionally, an organodisiloxane of formula  $R^{23}SiO-O-SiR^{23}$  (II) [wherein  $R^2$  can be the same or different and is the same as R] are mixed with water in the presence of an emulsifier at a temp. below 15°C.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO

特公平7-39494

(24) (44) 公告日 平成7年(1995)5月1日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 G 77/06	NUG			
77/32	NUB			

請求項の数1(全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平3-342620	(71) 出願人	390008969 ワッカー・ケミー ゲゼルシャフト ミツ ト ベシユレンクテル ハフツング WACKER-CHEMIE GESEL LSCHAFT MIT BESCHRA NKTER HAFTUNG ドイツ連邦共和国 ミュンヘン 22 プリ ンツレーゲンテン ストラーセ 22
(22) 出願日	平成3年(1991)12月25日	(72) 発明者	コンラート マウトナー ドイツ連邦共和国 ブルクキルヒェン ア イベンヴェーク 14
(65) 公開番号	特開平4-335031	(72) 発明者	ベルンヴァルト ドイプツァー ドイツ連邦共和国 ブルクハウゼン ヴィ ルコフシュトラーセ 14
(43) 公開日	平成4年(1992)11月24日	(74) 代理人	弁理士 矢野 敏雄 (外2名)
(31) 優先権主張番号	P 4 0 4 2 1 4 1. 4		
(32) 優先日	1990年12月28日		
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		

審査官 保倉 行雄

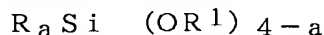
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オルガノポリシロキサンヒドロゾルの製法

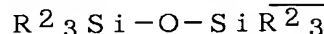
1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 オルガノ珪素化合物を水と混合すること\*



【式中aは0、1、2又は3であり、Rは同一又は異な  
っていてもよく、水素原子又は水に対して不活性の置換基  
を有していてもよい炭素原子数1～9の1価の炭化水素  
基を表し、R<sup>1</sup>は同一又は異なっていてよく、アルコキ※



【式中R<sup>2</sup>は同一又は異なっていてよく、Rにつき記載  
したものを表す】のオルガノジシロキサンを水と、乳化  
剤の存在で15℃未満の温度で混合することを特徴とす  
るオルガノポリシロキサンヒドロゾルの製法。

【請求項2】 水及び乳化剤を5℃未満の温度で反応器  
内に予め配置し、式(I)のシラン及び/又は部分加水  
分解物を場合によってはオルガノジシロキサンとの混合

2

\*によってオルガノポリシロキサンヒドロゾルを製造する  
に当り、式：

(I)

※シ基又はヒドロキシ基で置換されていてもよい炭素原子  
数1～6のアルキル基を表す】のシラン及び/又はその  
部分加水分解物並びに場合によっては式：

(I)

形で加え、その際こうして得られた混合物の温度は5℃  
を上回ってはならず、この混合物を30分～5時間5℃  
未満の温度に保ち、その後生じた式：R<sup>1</sup>OH(式中R<sup>1</sup>  
は1価の有機基を表す)の化合物を蒸留により除去する  
請求項1記載の方法。

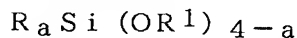
【発明の詳細な説明】

【0001】

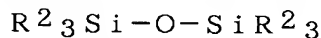
【産業上の利用分野】本発明はオルガノポリシロキサンヒドロゾルの製法に関する。

【0002】

【従来の技術】オルガノポリシロキサンヒドロゾルの製造法は多数知られている。これに関しては例えば米国特許第3, 433, 780号明細書(1969年3月18日発行、J. Cekada, Jr. 及びD. R. Weyenberg, Dow Corning Corporation) 及び米国特許第4, 424, 297号明細書(1984年1月3日発行、A. E. Bey, Dow Corning Corporation) を指摘しておく。これらの刊行物には平均粒径10~100nmのオルガノシルセスキオキシサンのコロイド状懸濁液の製法が記載されており、この場合トリアルコキシシランを運動下に水と界面活性剤との混合物に加える。添加されるトリアルコキシシランの量は、トリアルコキシシラン、水及び界面活性剤の全量に対して約10重量%より少ないか、又は添加速度は1l当り毎時トリアルコキシシラン10mlより少ない。また西ドイツ国特許出願公開第37, 17, 075号明細書(M. Wolfggru\* 20



【式中aは0、1、2又は3であり、Rは同一又は異なっていてよく、水素原子又は水に対して不活性の置換基を有していてもよい炭素原子数1~9の1価の炭化水素基を表し、R<sup>1</sup>は同一又は異なっていてよく、アルコキ※



【式中R<sup>2</sup>は同一又は異なっていてよく、Rにつき記載したものを表す】のオルガノジシロキサンを水と、乳化剤の存在で15℃未満の温度で混合することを特徴とする、オルガノ珪素化合物を水と混合することによってオルガノポリシロキサンヒドロゾルを製造する方法である。

【0007】基Rとしての炭化水素基の例はアルキル基例えばメチル基、エチル基、n-プロピル基、イソ-プロピル基、n-ブチル基、イソ-ブチル基、第三ブチル基、n-ペンチル基、イソ-ペンチル基、ネオ-ペンチル基、第三ペンチル基、ヘキシル基例えばn-ヘキシル基、ヘプチル基例えばn-ヘプチル基、オクチル基例えばn-オクチル基及びイソ-オクチル基、例えば2, 2, 4-トリメチルペンチル基；アルケニル基例えばビニル基及びアリル基；シクロアルキル基例えばシクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基及びメチルシクロヘキシル基；アリール基例えばフェニル基；アルカリール基例えばo-, m-, p-トリル基、キシリル基及びエチルフェニル基；アラルキル基例えばベンジル基、α-及びβ-フェニルエチル基である。

【0008】基Rとしての置換炭化水素基の例は、ハロゲン化炭化水素基例えばクロルメチル基、3-クロルプロピル基、3-ブロムプロピル基、3, 3, 3-トリフルオルプロピル基及び5, 5, 5, 4, 4, 3, 3-ヘ

ber, Wacker Chemie GwmbH, 1988年12月8日発行) 又は相応する米国特許第4, 857, 582号明細書には、モノオルガノシロキサン一、ジオルガノシロキサン一及びトリオルガノシロキサン単位並びに

【0003】

【化1】

SiO<sub>4</sub>/2-単位

【0004】のようなシロキサン単位少なくとも2種からなるオルガノポリシロキサンのコロイド状懸濁液の連続製造法が開示されている。この場合オルガノ珪素化合物及び水は互いに反応器に供給され、オルガノ珪素化合物の配量速度は水1l当り毎時最高5モルである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】オルガノポリシロキサンヒドロゾルを比較的簡単な方法で製造することを可能とする方法を提供するという課題が生じた。本発明はこの課題を解決することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の対象は、式：

(I)

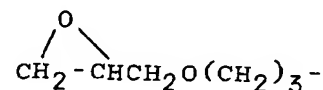
※シ基又はヒドロキシ基で置換されていてもよい炭素原子数1~6のアルキル基を表す】のシラン及び/又はその部分加水分解物並びに場合によっては式：

(I)

ブタフルオルペンチル基並びにクロルフェニル基、ジクロルフェニル基及びトリフルオルトリル基；メルカプトアルキル基例えば2-メルカプトエチル基及び3-メルカプトプロピル基；シクロアルキル基例えば2-シアノエチル基及び3-シアノプロピル基；アミノアルキル基例えば3-アミノプロピル基、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピル基及びN-(2-アミノエチル)-3-アミノ(2-メチル)プロピル基；アミノアリール基例えばアミノフェニル基；アシルオキシアルキル基例えば3-アクリルオキシプロピル基及び3-メタクリルオキシプロピル基；ヒドロキシアルキル基例えばヒドロキシプロピル基；及び式：

【0009】

【化2】



及びHOCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-

【0010】の基である。

【0011】基Rは特に有利には水素原子並びにメチル基、ビニル基、3-クロルプロピル基及び3-メルカプトプロピル基、特にメチル基及びビニル基である。

【0012】基R<sup>1</sup>の例はRに関して記載した炭素原子

数1~6のアルキル基並びにメトキシエチレン基及びエトキシエチレン基である。

【0013】基 $R^1$ は特に有利にはメチル基及びエチル基、特にメチル基である。

【0014】aは好ましくは1又は2を意味し、平均して有利には1.0~1.5、特に好ましくは1である。

【0015】本発明方法で使用される式(I)のシランはメチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルトリメトキシシラン、水素トリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン及びジメチルジメトキシシランであることが有利であり、この場合メチルトリメトキシシラン及びビニルトリメトキシシランが特に有利に使用される。

【0016】本発明方法で使用される式(I)のシランは、この種のシランの個々のもの並びにこの種のシランの少なくとも2種のものからなる混合物であってよい。

【0017】本発明方法で式(I)のシランの部分加水分解物を使用する場合、部分加水分解物当たり最高5個の珪素原子を有するものが有利である。

【0018】本発明方法では式(I)のシラン及び/又はその部分加水分解物をそれぞれ使用した水の重量に対して有利には40重量%まで、特に有利には20~30重量%の量で使用する。

【0019】基 $R^2$ に関する例は基 $R$ につき記載したすべての例が該当し、この場合 $R^2$ は有利にはメチル基及びビニル基を表す。

【0020】場合によっては使用されるオルガノジシロキサンはヘキサメチルジシロキサン、テトラメチル二水素ジシロキサン、テトラメチルジビニルジシロキサンである。

【0021】オルガノジシロキサンを一緒に使用する場合、有利なのはヘキサメチルジシロキサン及びテトラメチルジビニルジシロキサンである。

【0022】オルガノジシロキサンを一緒に使用する場合、これは使用したシランの全量に対して有利には10重量%までの量、特に有利には5重量%までの量で使用する。

【0023】本発明方法で場合によっては使用されるオルガノジシロキサンは、この種のオルガノジシロキサンの個々のものでもまたこの種のオルガノジシロキサンの少なくとも2種の混合物であってよい。

【0024】本発明方法で使用される必要な乳化剤は炭素原子数9~20のカルボン酸、脂肪族置換基中に少なくとも6個の炭素原子を有する脂肪族置換ベンゾールスルホン酸、脂肪族置換基中に少なくとも4個の炭素原子を有する脂肪族置換ナフタリンスルホン酸、脂肪族置換基中に少なくとも6個の炭素原子を有する脂肪族スルホン酸、アルキル置換基中に少なくとも6個の炭素原子を有するシリルアルキルスルホン酸、脂肪族置換基中に少

なくとも6個の炭素原子を有する脂肪族置換ジフェニルエーテルスルホン酸及びアルキル置換基中に少なくとも6個の炭素原子を有する硫酸水素アルキルを含む。

【0025】陰イオン乳化剤としては、その脂肪族置換基が少なくとも8個、特に12個の炭素原子を含むものを使用することが有利である。脂肪族置換基の詳細な例はオクチル基、デシル基、ドデシル基、セチル基、ステアリル基、ミリスル基、オレイル基、ノネニル基、オクチニル基、フィチル基及びペンタデカジエニル基である。陰イオン乳化剤としては脂肪族置換ベンゾールスルホン酸が有利である。

【0026】本発明方法の場合乳化剤はその都度使用したオルガノ珪素化合物の全重量に対して0.5~30重量%であるのが有利であり、特に有利なのは2~5重量%である。

【0027】本発明方法で使用される乳化剤はこの種の乳化剤の個々のものでもまた少なくとも2種の混合物であってよい。

【0028】式(I)のシラン、その部分加水分解物、場合によってはオルガノジシロキサン、乳化剤及び水の他に付加的に、本発明方法では他の成分例えば中性界面活性剤、保護コロイド及び粘稠剤を、使用したオルガノ珪素化合物の全重量に対して30重量%までの量で使用する事ができる。

【0029】中性界面活性剤の例は、脂肪族エトキシレート例えば $(EO)_n$ -ステアレート( $n=8\sim100$ )、脂肪族アルコールエトキシレート例えばステアリル-、ラウリル-、セチル-、オレイル-及びイソトリデシル- $(EO)_n$ ( $n=2\sim100$ )及びエトキシ化アルキルフェノール例えばオクチル-及びノニルフェノール- $(EO)_n$ ( $n=4\sim30$ )である。

【0030】保護コロイドの例はポリビニルアルコールである。

【0031】粘稠剤の例はポリアクリレートである。

【0032】本発明方法では個々の成分を任意の方法で互いに混合することができる。

【0033】本発明方法の場合、式(I)のシラン及び/又はその部分加水分解物、水、乳化剤並びに場合によってはオルガノジシロキサン及び他の成分の混合を、15℃未満、有利には5℃未満の温度で実施するが、この場合本発明による混合物が大部分まだ液状である定点を僅かに上回る温度を下限と見なすべきである。この場合この温度下限は有利には約0℃の温度である。混合は周囲雰囲気の下で、従って900~1100hPaで実施するのが有利である。しかしこれよりも高いか又は低い圧力でも実施することができる。こうして得られた混合物を更に有利には30分~9時間15℃未満、有利には5℃未満の温度で保持することが好ましい。引続き式 $R^1OH$ ( $R^1$ は前記のものを表す)の生じた化合物(有利にはアルカノールである)を除去する。生じた式

$R^1OH$  ( $R^1$ は前記のものを表す)の化合物を除去するには、得られた混合物を15℃未満、有利には5℃未満の温度で30分～5時間放置することでまったく十分である。

【0034】本発明方法の場合、反応器内容物を冷却する装置を備えていてもよい反応器に水を予め配置し、これに式(I)のシラン及び／又は部分加水分解物を加えるのが有利である。混合装置は一般に必要でないが、もちろん使用してもよい。式(I)のシラン及び／又はその部分加水分解物は、得られる混合物の温度が15℃未満、有利には5℃未満であるような速度で配量する。これは例えば、式(I)のシラン及び／又はその部分加水分解物の配量速度を温度センサを介して制御し及び／又は使用される水の1部を氷の形で配置することによって行うことができる。この場合乳化剤、場合によっては使用されるオルガノジシロキサン並びに場合によっては使用される他の成分は単独でも、水との混合形でも又は本発明により使用される式(I)のシランと一緒に使用することもでき、この場合有利には乳化剤を水との混合形で反応器に配し、オルガノジシロキサンを式(I)のシランとの混合形で加え、他の成分は水及び乳化剤と共に予め配置する。

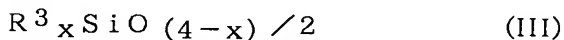
【0035】本発明方法の優れた1実施態様では、水及び乳化剤からなる混合物を5℃未満の温度で反応器内に予め配置し、式(I)のシラン及び／又はその部分加水分解物を場合によってはオルガノジシロキサンとの混合形で加え、その際こうして得られた混合物の温度は5℃を上回ってはならない。この混合物を更に5℃未満の温度で30分～2時間保ち、引続き生じた式： $R^1OH$  (式中 $R^1$ は前記のものを表す)の化合物(この場合有利にはアルカノールである)を蒸留により除去する。この処置は温度15～30℃及び圧力15～100hPaで行うのが有利である。これには例えば薄層蒸発器が適している。

【0036】本発明方法は酸性条件下に、有利にはpH1.5～pH3.0の範囲で実施する。

【0037】本発明方法により式：

【0038】

【化3】



【0039】[式中 $R^3$ は同一又は異なっていてよく、先にRにつき記載したものを表し、xは0、1、2又は3であり、平均して0.9～2.1である]の単位からなるオルガノポリシロキサンのコロイド状水性分解液が製造される。基 $R^3$ の例としては基Rにつき上記したすべての例が完全に含まれる。

【0040】式(III)によっては表されないにもかかわらず、オルガノポリシロキサン中基 $R^3$ の5モル%までが基 $-OR^4$  ( $R^4$ は $R^1$ につき先に記載したものを表す)によって代えられていてもよい。

【0041】本発明により製造されたオルガノポリシロキサンヒドロゾルは平均10～500nm、有利には20～250nm、特に有利には20～150nmの粒径及びそれぞれオルガノポリシロキサンヒドロゾルの全重量に対して20重量%まで、有利には10～15重量%のオルガノポリシロキサン固体含有量を有し、この場合ヒドロゾル中の最大固体含有量は、オルガノポリシロキサン中のSi-C結合有機基に依存する。

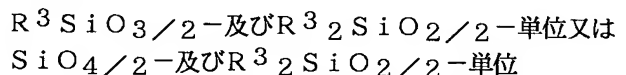
【0042】本発明方法は、狭い単分散系の粒子分布を有するオルガノポリシロキサンヒドロゾルを簡単な方法でかつ再生可能に製造することができるという利点を有する。この場合粒子の大きさは特に温度を適当に選択することにより意図的に変えることができる。更に本発明によるオルガノポリシロキサンのヒドロゾルは、これが貯蔵可能であるという利点を有する。この場合「貯蔵安定」という表現は、ヒドロゾルが少なくとも12カ月間、認め得る分離を生じることなく貯蔵可能であることを意味する。

【0043】本発明により製造されたヒドロゾルは多くの使用分野で直接使用することができるが、これに含まれるオルガノポリシロキサンを、所望の場合にはあらゆる考え得る方法で例えば塩添加、極性溶剤による沈殿又は水の蒸発等によってヒドロゾルから分離することもできる。

【0044】本発明により製造されたオルガノポリシロキサンのヒドロゾルは含浸及び被覆目的に対して、例えばしっくい疎水性化のための建築保護において、又は紙及び織物処理に際して使用することができる。更に

【0045】

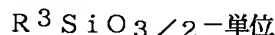
【化4】



【0046】(式中 $R^3$ はそれぞれこれに関して先に記載したものを表す)からなる、本発明によるオルガノポリシロキサンのヒドロゾルから、室温及び圧力900～1100hPaでか又は減圧下に又は高めた温度で水を除去することによって、再分散不能の透明な樹脂フィルムを製造することができる。

【0047】

【化5】



【0048】(式中 $R^3$ はこれにつき先に記載したものを表す)からなる本発明によるオルガノポリシロキサンのヒドロゾルは、疎水性化及び繊維安定化のための織物仕上剤として、建築保護剤の疎水性化成分としてまたコロイド粒子を導入するためゴムラテックスとの混合形で活性強化充填剤として極めて適している。

【0049】更に本発明によるオルガノポリシロキサンのヒドロゾルは水中でラジカル重合可能のテルモプラスチック例えばポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリメタク

リル酸ビニル及びポリスチロール等をグラフトするグラフトベース剤として適している。この場合特に有利なのは

【0050】

【化6】

$R^3SiO_3/2-$ 及び $R^3_2SiO_2/2-$ 単位

【0051】 ( $R^3$ は前記のものの1つを表す) からなり、更にエラストマー特性を有するオルガノポリシロキサンヒドロゾルの全重量に対して14%の固体含有量を有する乳白濁のオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。このオルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、またこれは室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合、再分散不能の樹脂粉末を残す。

【0052】

【実施例】 次の各実施例においてすべての「部」及び「%」は、他に示さない限り「重量部」及び「重量%」を表す。また他に表現しない限り次の各実施例は周囲雰囲気圧力の圧力、すなわち約1000hPaで実施する。次に室温とは20℃の温度を意味する。

【0053】 例1

氷750g、水699g及びドデシルベンゾールスルホン酸(水中の10%)51gからなる混合物に分割してメチルトリメトキシシラン270g及びビニルトリメトキシシラン30gからなる混合物を加える。こうして得られた混合物を室温に加熱し、室温で4時間保つ。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた60nmの粒径及びヒドロゾルの全重量に対して8.3%の固体含有量を有する乳白濁のオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。このオルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、またこれは室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合再分散不能の樹脂粉末を残す。

【0054】 例2

例1に記載した方法を繰返すが、混合過程後室温に加熱せず、得られた混合物を0℃の温度で2時間保ち、引続き生じたメタノールを薄層蒸発器(50hPa/30℃)で留去する点で異なる。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた24nmの粒径及びヒドロゾルの全重量に対して10%の固体含有量を有する清澄なオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。オルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、また室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合再分散不能の樹脂粉末を残す。

【0055】 例3

例1に記載した方法を繰返すが、混合過程後室温に加熱せず、得られた混合物を0℃の温度で9時間保持する点で異なる。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた25nmの粒径及びヒドロゾルの全重量に対して8.3%の固体含有量を有する清澄なオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。オルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、また室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合再分散不能の樹脂粉末を残す。

【0056】 例4

氷100g、水91.6g及びドデシルベンゾールスルホン酸(水中の10%)8.4gからなる混合物に分割してメチルトリメトキシシラン56gを加える。こうして得られた混合物を3℃の温度で2時間保ち、引続き生じたメタノールを薄層蒸発器(50hPa/30℃)で留去する。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた120nmの粒径及びヒドロゾルの全重量に対して14%の固体含有量を有する乳白濁のオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。このオルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、またこれは室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合、再分散不能の樹脂粉末を残す。

【0057】 例5

氷125g、水125g及びドデシルベンゾールスルホン酸(水中の10%)2.5gからなる混合物に分割してジメチルジメトキシシラン40.3g及びヘキサメチルジシロキサン0.5gからなる混合物を加える。こうして得られた混合物を0℃の温度で30分間保ち、引続き生じたメタノールを薄層蒸発器(15hPa/15℃)で留去する。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた109nmの粒径及びヒドロゾルの全重量に対して7.5%の固体含有量を有する乳白濁のオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。このオルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、またこれは室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合、粘度48mPa·s(20℃)のジメチルポリシロキサン油を残す。

【0058】 例6

例5に記載した方法を繰返すが、ジメチルジメトキシシラン40.3g及びヘキサメチルジシロキサン0.5gからなる混合物の代わりに、メチルトリメトキシシラン4g及びジメチルジメトキシシラン72.5gからなる混合物を使用する点で異なる。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた53nmの粒径及びヒドロゾルの全重量に対して9.1%の固体含有量を有する乳濁化オルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。オルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち12カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、また室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合、軟かい弾性のフィルムを残す。

【0059】 例7

絶縁したガラス容器中で氷1449g及びドデシルスルホン酸(水中の10%)51gからなる混合物を浸漬クーラーを有する低温槽を用いて0℃で冷却する。この混合物にメチルトリメトキシシラン300gを4分以内にポンプ給送する。その際低温槽の冷却力は、こうして得られた混合物の温度が3℃の温度を越えないように選択する。引続き混合物を0℃の温度で2時間保ち、引続き

生じたメタノールを薄層蒸発器 (50 hPa / 30°C) で留去する。単分散系の粒子分布で電子顕微鏡で認められた 23 nm の粒径及びヒドロゾルの全重量に対して 10.6% の固体含有量を有する清澄なオルガノポリシロキサンヒドロゾルが得られる。このオルガノポリシロキサンヒドロゾルは貯蔵安定、すなわち 12 カ月貯蔵した後も認め得る分離は生じず、またこれは室温及び周囲雰囲気圧力の圧力で水を蒸発させた場合、脆性の再分散不能の\*

\* 樹脂粉末を生じる。

【0060】比較実験 1

水 191.6 g 及びドデシルベンゾールスルホン酸 (水中の 10%) 8.6 g からなる混合物に、20°C の温度で分割してメチルトリメトキシシラン 56 g を加える。こうして得られた清澄な混合物を 50°C に加熱する。1 時間放置した後ゾル形成が始まり、更に約 30 分後、30 分の経過で著しく増大した沈殿が生じる。

---

フロントページの続き

(72) 発明者 ヘルムート オスヴァルトバウアー  
ドイツ連邦共和国 シュトゥーベンベルク  
ーフェルストベルク ハルトシュトラッセ

1

(72) 発明者 ヒルマール ジナー  
ドイツ連邦共和国 ブルクハウゼン エル  
ンストーロイターシュトラッセ 1